



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ **Patentschrift**
⑯ **DE 42 07 614 C1**

⑯ Int. Cl. 5:
B 01 D 63/00
B 01 D 35/20
C 07 K 3/26
// C02F 1/44

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:

Pall Corp., Glen Cove, N.Y., US

⑯ Vertreter:

Pagenberg, J., Dr.jur.; Frohwitter, B., Dipl.-Ing., Rechtsanwälte, 8000 München; Bardehle, H., Dipl.-Ing.; Dost, W., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Altenburg, U., Dipl.-Phys., Pat.-Anwälte, 81679 München; Geißler, B., Dipl.-Phys.Dr.jur., Pat.- u. Rechtsanw., 8000 München

⑯ Erfinder:

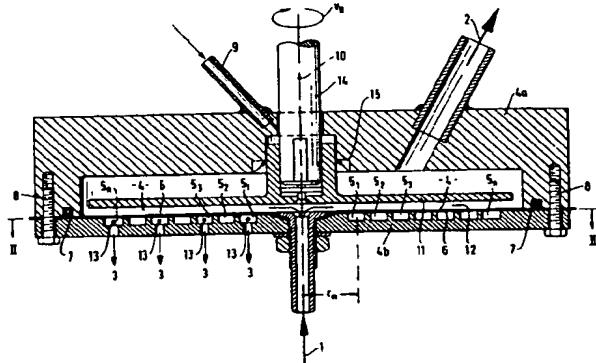
Randhahn, Horst, Dr., 6100 Darmstadt, DE;
Vogelmann, Hartmut, Dr., 6072 Dreieich, DE;
Meister, Michael, 6000 Frankfurt, DE

⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE 73 14 040 U1
US 36 31 654
Chem.Ing.Tech. 60, 1988, Nr. 3, S. 155-161;

⑯ Dynamische Filter-Trennvorrichtung

⑯ Eine Apparatur und ein Verfahren zum Trennen einer Suspension in ein Filtrat und ein Konzentrat. Es handelt sich um eine Trennvorrichtung und ein Verfahren, in welchem partielle Filtrate als eine Vielzahl von Filtratströmen in einer Vielzahl von getrennten, parallelen Filtratkammern gesammelt werden. Die Filtratkammer ist unterteilt in mehrere partielle Filtratkammern, von denen jede an einen unterschiedlichen Abschnitt einer teilweise durchlässigen Wand oder Membran angeschlossen sind und den Teil des Filtrats empfangen, der durch sie hindurchtritt. Außerdem wird zwischen der Suspension und der Wand oder Membran eine Relativbewegung durch einen rotierenden Teil induziert, wodurch ein Verstopfen der Membran verhindert wird. Weiterhin sind Sensoren in den partiellen Filtratkammern bereitgestellt, die es gestatten, mehr Information über einen dynamischen Trennprozeß zu erhalten.



Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Membranfiltration eines Unfiltrats, insbesondere einer Suspension, in eine weniger konzentrierte oder sogar reine Phase (Filtrat) und eine stärker konzentrierte Phase (Konzentrat).

In Bereichen wie der Biotechnologie, der Abwasser- aufbereitung, der Pharmazie, der Medizin und der Getränkeindustrie ist es ein häufiges Problem, feste Partikel von einem Fluid, wie z. B. Enzymen oder Hefe in einer wässrigen Lösung, Blut in Plasma oder Fruchtfleisch von Saft etc. zu trennen.

Bisher bekannte dynamische Filtertrennvorrichtungen arbeiten mit einem Zwei-Kammer-System. Das Fluid bzw. Unfiltrat wird in eine erste, sogenannte Konzentratkammer hineinbefördert, welche von einer zweiten Kammer, der Filtratkammer durch eine teilweise durchlässige Wand (semi-permeable Membran) getrennt ist. In der zweiten der Kammern wird das Filtrat von der gesamten Ebene der Membran gesammelt.

Die Konzentratkammer ist an einen Fluideinlaß und einen Konzentrat-Auslaß angeschlossen; die Filtratkammer ist an einen Filtrat-Auslaß angeschlossen.

Die US 36 31 654 beschreibt eine Filtervorrichtung, bei der die Filtratkammer in zwei getrennte Filtratkammern unterteilt ist. Der Aufsatz Chem. Ing. Techn. 60 (1988) Nr. 3, S. 155—161 beschreibt verschiedene Methoden, die bei dem dynamischen Filtrationsverfahren eingesetzt werden.

Ein Filter wird dynamisch genannt, wenn eine Relativbewegung der Suspension in der Konzentratkammer entlang der Membran durch eine Einrichtung, zum Beispiel eine rotierbare Scheibe, induziert wird. Dadurch wird ein Verstopfen der Membranporen vermieden oder zumindest verringert.

Bei diesem Stand der Technik wurde der Effekt unterschiedlicher Trenngrade der Suspension an unterschiedlichen Orten an der Membran nicht in Betracht gezogen. Jegliches inhomogene Verhalten des Trennprozesses, zum Beispiel aufgrund von Parametern des Fluids wie zum Beispiel Druck, Temperatur, Konzentration oder Geschwindigkeit in der Konzentratkammer, wurde nicht berücksichtigt.

Eine der Aufgaben der Erfindung ist es, eine dynamische Membranfiltrationsvorrichtung und -verfahren bereitzustellen mit verbesserten Trenncharakteristiken.

Eine weitere Aufgabe der Erfindung ist es, eine dynamische Membranfiltrationsvorrichtung bereitzustellen, die es gestattet, mehr Information über einen dynamischen Trennprozeß zu erhalten.

Eine noch weitere Aufgabe dieser Erfindung ist es, eine dynamische Filtrationsvorrichtung bereitzustellen, welche für ein besonderes Trennproblem speziell angepaßt ist.

Die Erfindung stellt eine Filtrationsvorrichtung und ein Verfahren bereit, in welchem partielle Filtrate als eine Vielzahl von Filtratströmen in einer Vielzahl von getrennten, parallelen Filtratkammern gesammelt werden. Die Filtratkammer ist unterteilt in mehrere partielle Filtratkammern, von denen jede an einen unterschiedlichen Abschnitt der teilweise durchlässigen Wand oder Membran angeschlossen sind und den Teil des Filtrat aufnimmt, der durch sie hindurchtritt. Ein Sensor wird in zumindest einer partiellen Filtratkammer vorgesehen.

Die Trennvorrichtung und das Verfahren dieser Erfindung werden in den Ansprüchen definiert.

Dieses Mehrkammernsystem stellt eine unterschiedliche Art der Trennung für ein partielle Filtrat dar, im Vergleich zu dem gemischten Filtrat, welches durch ein Zwei-Kammer-System erhalten wird. Partielle Filtrate können sich dann zum Beispiel in dem Trenngrad unterscheiden. Somit wird das zu filtrierende Fluid differenziell in eine Vielzahl von Filtraten getrennt mit im allgemeinen unterschiedlichen Konzentrationen, Flußraten oder anderen Eigenschaften, die sich von einem partiellen Filtratstrom zu dem nächsten unterscheiden.

Es gibt verschiedene Vorteile dieser differenziellen Trennung. Ein höherer Trenngrad für einen partiellen Strom kann erzielt werden. Der Trennprozeß an sich kann erforscht werden, indem man den Trenngrad in Abhängigkeit von einem Ort an der Membran analysiert, wo das Filtrat gesammelt wird, sowohl als auch in Abhängigkeit von anderen Parametern, z. B. geometrische Parameter (Spaltform, Oberflächenstruktur des rotierbaren Elementes). Ein oder mehrere Sensoren werden in der Filtrat- und/oder Konzentratkammer installiert, um physikalische oder chemische Eigenschaften der Fluide zu überwachen, wie z. B. Konzentration, Temperatur, Druck oder Flußrate in Abhängigkeit von dem Ort in diesen Kammern. Ein differenzieller Trennprozeß muß nicht durch wiederholtes Probieren durchgeführt werden, sondern kann gesteuert und systematisch vorherbestimmt werden. Es ist auch möglich, Membranen bereitzustellen, mit unterschiedlichen Eigenschaften für differenzielle partielle Filtratkammern, so daß die Membran aus einer Vielzahl von Abschnitten unterschiedlicher Membranen gleichzeitig besteht. Daraus ergibt sich die Möglichkeit unterschiedliche Membranen gleichzeitig zu testen, um eine Membran zu finden, die am besten den besonderen Anforderungen des spezifischen Falles genügt.

Insbesondere für Test- und Entwicklungszwecke ist es vorteilhaft, das Gehäuse der Filtertrennvorrichtung aus zumindest zwei Teilen zu bauen, so daß relevante Teile (die Membran, das die Relativbewegung induzierende Mittel) für den Trennprozeß leicht ausgewechselt werden können.

Fig. 1 und 2 zeigen ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel einer differenziellen dynamischen Membranfiltrationsvorrichtung, wobei Fig. 2 eine Querschnittsansicht entlang der Linie II-II der Trennvorrichtung von Fig. 1 ist.

Eine Apparatur gemäß den Fig. 1 und 2 ist eine differenzielle Rotation-Scherspalt-Filter-Trennvorrichtung mit Ringkanälen.

Ein Fluid wird in die Konzentratkammer 4, welche durch einen Deckel 4a und Boden 4b gebildet ist, über den zentralen Fluid- bzw. Unfiltrateinlaß 1 in eine Hohlwelle eingespeist. Die rotierbare Scheibe 11 ist in der Konzentratkammer 4 installiert. Sie bildet zusammen mit der teilweise durchlässigen Membran 6 einen Spalt 12. Ein Rotieren der Scheibe 11 induziert eine Relativbewegung des Fluids in dem Spalt 12 entlang der Membran 6, wobei einer der möglichen Effekte darin besteht, ein Verstopfen der Membranporen zu verhindern oder zu verringern. Die Filtratkammer 5 des Systems ist unterteilt in mehrere partielle Filtratkammern (5₁ bis 5_n) welche in diesem bevorzugten Ausführungsbeispiel als konzentrische Ringe im Boden 4b um die Rotationsachse 10 der rotierbaren Scheibe 11 angeordnet sind. Die Suspension, welche in der Nähe der Mitte 1 der rotierbaren Scheibe 11 eingespeist wurde, wird zu der äußeren Kante der Konzentratkammer 4 geführt. Das Fluid bzw. die Suspension wird jedesmal aufkonzentriert,

wenn es an einem Ringkanal mit einer Membran 6 und einer daran angeschlossenen partiellen Filtratkammer 5, vorbeiläuft. Die unterschiedlichen Filtrate welche in den Ringkanälen 5 gesammelt werden, werden durch die individuellen Filtrat-Auslässe 3 gesammelt. Dadurch tritt ein differenzieller Trennprozeß auf. Die unterschiedlichen gesammelten Filtrate können unterschiedliche Eigenschaften haben, wie zum Beispiel unterschiedliche Konzentration an Partikeln. Das verbleibende Konzentrat wird in den Konzentrat-Auslaß 2 ausgestoßen. Um die rotierbare Scheibe 11 und die Membran 6 leichter austauschen zu können, wird das Gehäuse 4a, 4b der Filtertrennvorrichtung horizontal in zwei Teile geteilt. Diese zwei Teile werden vorzugsweise durch die Schrauben 8 und über die Dichtung 7 miteinander verbunden.

In einem bevorzugten Ausführungsbeispiel dieser Erfindung sind Sensoren 13 in jeder partiellen Filtratkammer 5 beziehungsweise der entsprechenden Austrittsöffnung 3 bereitgestellt. Diese Sensoren 13 können zum Beispiel Flußratensensoren, Konzentrationssensoren, pH-Sensoren, Viskositätsensoren, Drucksensoren, etc. sein.

Die Filtertrennvorrichtung kann in einem weiteren Ausführungsbeispiel radiale Sektoren von Membranschnitten mit unterschiedlichen Eigenschaften haben, anstatt der Ringkanalanordnung von Fig. 1. Verschiedene Membranen können so installiert und unter den gleichen Umständen getestet werden.

Die folgenden zwei Beispiele erläutern die Erfindung. 30

Beispiel 1

In der differenziellen Filtrationsapparatur wie oben beschrieben wurden vier unterschiedliche Lösungen von Bäckerhefe verwendet, um die Trennqualität einer Membran zu bestimmen. Der Fluß in Litern pro Stunde für die vier unterschiedlichen Lösungen bei den sieben unterschiedlichen Ringkanälen wurde bestimmt, und die Ergebnisse sind in Fig. 3 gezeichnet. Wie man sehen kann, nimmt der Fluß radial von dem inneren Ringkanal 5₁ zu dem äußeren Ringkanal 5_n zu. Die Abhängigkeit ist besonders ausgeprägt für die stärker verdünnte Lösung von 5%, während die anderen Konzentrationen von 20 Gew.-%, 60 Gew.-% und 80 Gew.-% jeweils eine geringere aber immer noch bedeutende Abhängigkeit des Flusses von dem Radius r des Ringkanals zeigen. Die für dieses Experiment verwendete Filtermembran war eine Nylonmembran von nominal 0,2 µm, welche unter dem Warenzeichen "Ultipor" der Pall Corporation vermarktet wird. 50

Beispiel 2

In diesem Beispiel wurde eine Lösung von homogenisierten *E. coli* in der gleichen Apparatur verwendet. Die verwendete Membran war eine PVDF-Membran von nominal 0,2 µm, welche von der Pall Corporation unter dem Warenzeichen "Fluorodyne" kommerziell erhältlich ist. Fig. 4 zeigt die Abhängigkeit der Proteintransmission als Auftragung an der Ordinate über den mittleren Radius r_m des Ringkanals in mm in einem Bereich von 25 bis 85 mm. Die entsprechende lokale Geschwindigkeit V_R des Rotors ist auch in dieser Fig. 4 gezeigt. Diese lokale Geschwindigkeit über den Membranabschnitt, welcher den betreffenden Ringkanal abdeckt, liegt zwischen 6 und ungefähr 20 m/sec. Die aufgetragenen Daten zeigen, daß die als das Verhältnis der Pro- 55 60 65

teinkonzentration in dem Filtrat zu der Proteinkonzentration in dem Konzentrat definierte Transmissionsrate in einem Bereich von ca. 25% bis 100% liegt.

Testläufe wurden durchgeführt mit einer 0,2 µm PVDF-Membran (kommerziell erhältlich unter dem Warenzeichen "Fluorodyne II" H r der Pall Corporation bei 200 mbar während 1,5 Stunden (Kreuze in dem Diagramm) und mit einer 0,2 µm Nylonmembran (kommerziell erhältlich unter dem Warenzeichen "Bio-Inert II" der Pall Corporation) bei einem Druck von 700 mbar während 4,5 Stunden (Punkte in dem Diagramm). Es wird auf die Tatsache hingewiesen, daß in diesem Beispiel der Zweck darin bestand, zu bestimmen, wie effizient die Membran die Homogenisierungsprodukte, das heißt die kleineren Proteinmoleküle, hindurchtreten läßt. Für diesen Test ist eine Transmission von 100% wünschenswert. Die Ergebnisse zeigen deutlich, daß ab einem mittleren Radius von ca. 55 mm des Ringkanals die Transmission 100% beträgt.

Weiterhin wird darauf hingewiesen, daß es in den obigen Beispielen darum geht, nicht die Proteintransmission global, sondern für ein spezifisches Protein zu untersuchen.

Patentansprüche

1. Dynamisches Membranfiltrationsverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß das Filtrat von unterschiedlichen Abschnitten der Membran in partiellen Filtratkammern separat gesammelt und zumindest eine Eigenschaft des Filtrats in zumindest einer Filtratkammer gemessen wird.
2. Dynamische Membranfiltrationsvorrichtung mit
 - einer mit Unfiltrateinlaß (1) und Konzentratauslaß (2) versehenen Konzentratkammer (4)
 - einem gestützten semipermeablen Membran (6) mit im wesentlichen ebener Oberfläche und
 - einer Filtratkammer (5) mit einem Filtratauslaß (3),
 dadurch gekennzeichnet, daß die Filtratkammer (5) in eine Vielzahl von partiellen Filtratkammern (5₁, 5₂, ..., 5_n) unterteilt ist, von denen jedes Filtrat von einem anderen Abschnitt der semipermeablen Membran (6) durch einen entsprechenden Zugang sammelt, und zumindest einer partiellen Filtratkammer (5₁, 5₂, ..., 5_n) ein Sensor (13) zum Bestimmen und wahlweise Überwachen von zumindest einer Eigenschaft des Filtrats zugeordnet ist.
3. Dynamische Membranfiltrationsvorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzeugung einer Parallelströmung zur Membran (6) in der Konzentratkammer (4) ein von der Membran (6) über einen Spalt (12) beabstandet rotierbares Teil (11) angeordnet ist.
4. Dynamische Membranfiltrationsvorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das rotierbare Teil (11) eine rotierbare, vorzugsweise kreisförmige Scheibe ist.
5. Dynamische Membranfiltrationsvorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Unfiltrateinlaß (1) nahe an der Rotationsachse (10) der Scheibe in die Konzentratkammer (4) mündet.
6. Dynamische Membranfiltrationsvorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die den partiellen Filtratkammern (5₁, 5₂, ..., 5_n) zugeordneten Mem-

branabschnitte unterschiedliche Eigenschaften aufweisen.

7. Dynamische Membranfiltrationsvorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Membranabschnitte 5 (6) konzentrische Kreisringe sind.

8. Dynamische Membranfiltrationsvorrichtung nach einen der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Membranabschnitte 10 (6) radiale Sektoren sind.

9. Dynamische Filtertrennvorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei zumindest ein Sensor (13) zum Bestimmen und wahlweise Überwachen zumindest einer Eigenschaft des Konzentrats angeordnet ist. 15

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

20

25

30

35

40

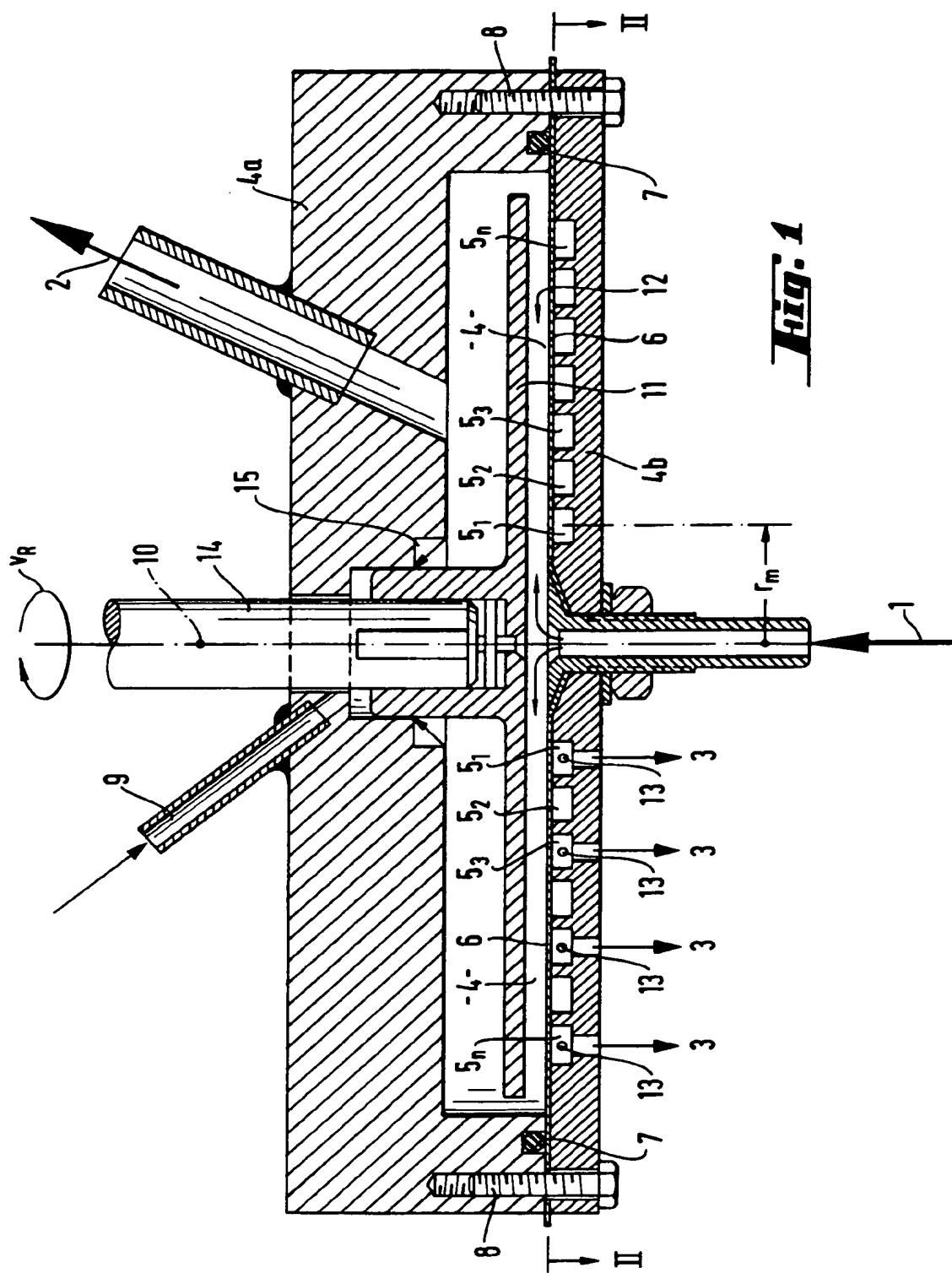
45

50

55

60

65



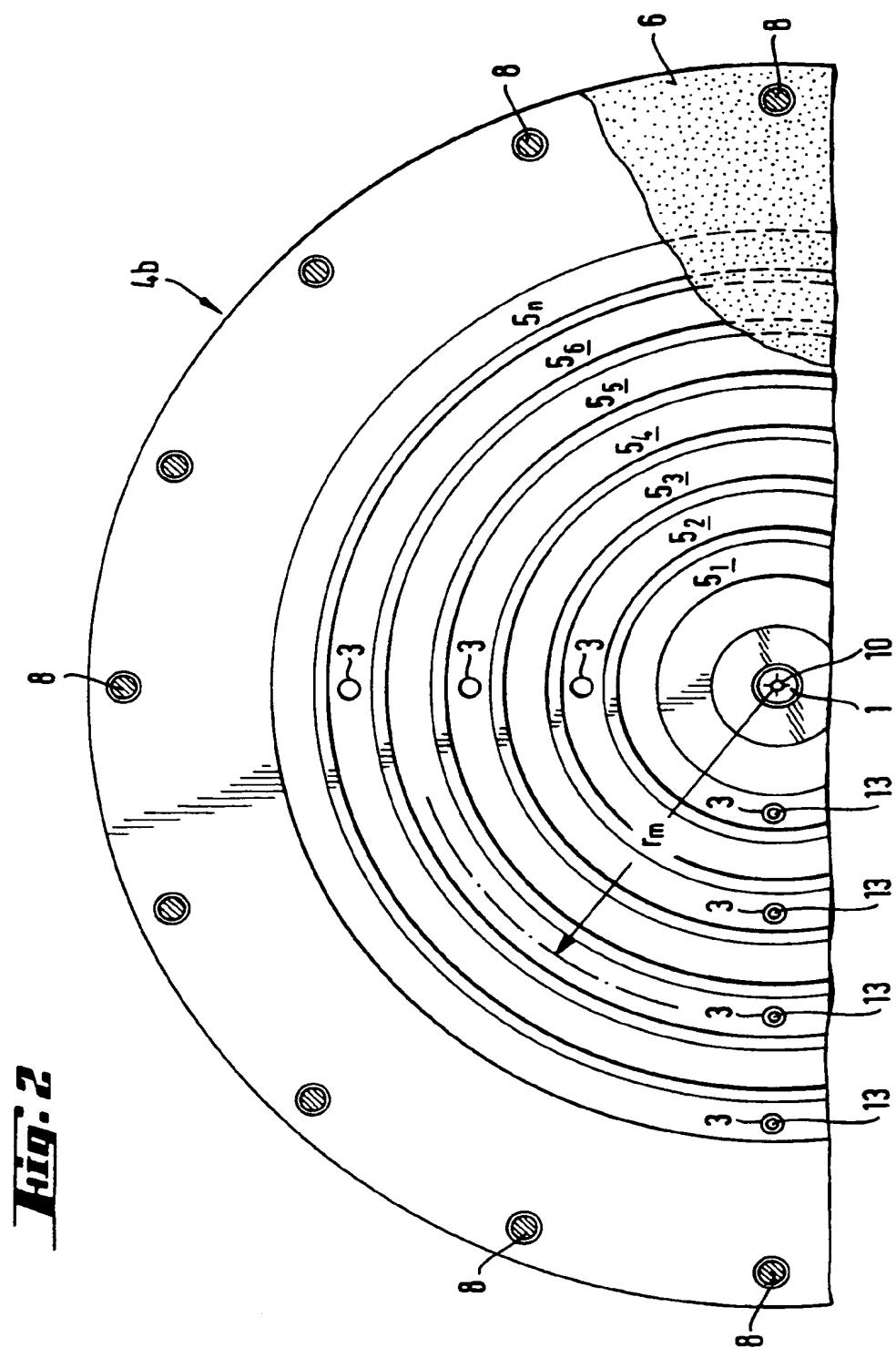


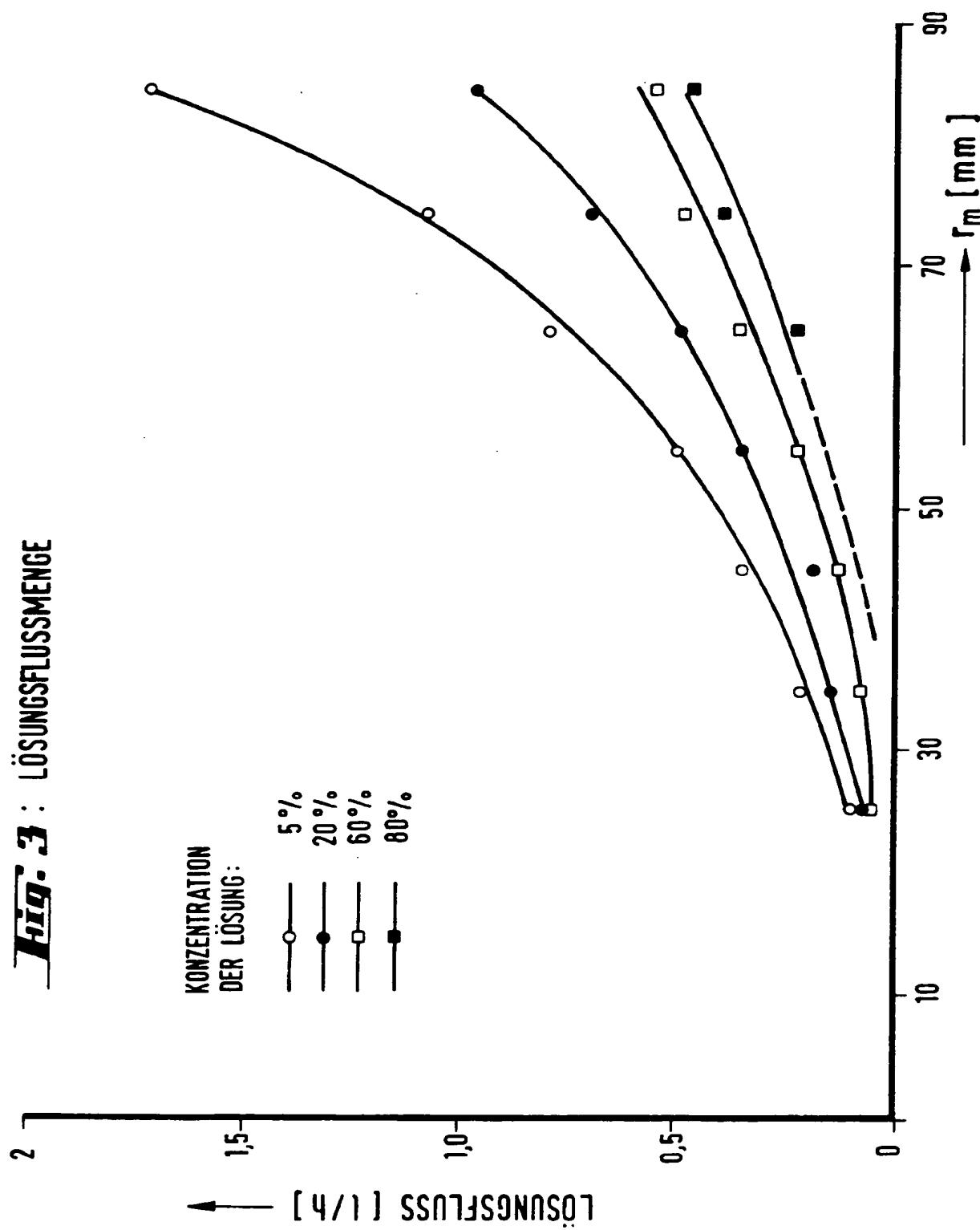
Fig. 3: LÖSUNGSFLUSSMENGE

Fig. 4: PROTEINTRANSMISSION